

## Daging rajungan rebus dingin





© BSN 2015

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi .....	2
4 Syarat bahan baku dan bahan penolong.....	2
5 Syarat mutu dan keamanan produk.....	3
6 Pengambilan contoh .....	4
8 Teknik sanitasi dan higiene .....	5
9 Peralatan .....	5
10 Penanganan dan Pengolahan .....	5
11 Persyaratan pengemasan.....	7
12 Pelabelan.....	8
Lampiran A .....	9
Lampiran B .....	11
Bibliografi .....	16
Tabel A.1 - Lembar penilaian sensori daging rajungan rebus dingin.....	9
Gambar B.1 - Diagram alir proses penanganan daging rajungan rebus dingin.....	11



## Prakata

Dalam rangka memberikan jaminan mutu dan keamanan pangan komoditas daging rajungan rebus dingin yang akan dipasarkan di dalam negeri, maka perlu disusun suatu Standar Nasional Indonesia (SNI) sebagai upaya untuk meningkatkan jaminan mutu dan keamanan pangan.

Standar ini merupakan revisi dari:

SNI 01-4224-1996, *Daging rajungan rebus dingin*

SNI 01-4224.1-1996, *Persyaratan bahan baku daging rajungan rebus dingin*

SNI 01-4224.2-1996, *Penanganan dan pengolahan daging rajungan rebus dingin*

Bagian yang direvisi adalah penambahan ruang lingkup, definisi, bahan, peralatan, teknik penanganan dan pengolahan, pengemasan dan lembar sensori.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 65-05: Produk Perikanan, yang telah dirumuskan melalui rapat teknis dan rapat konsensus pada tanggal 21 Oktober 2014 di Jakarta dihadiri oleh anggota Komite Teknis 65-05: Produk Perikanan sebagai upaya untuk meningkatkan jaminan mutu dan keamanan pangan.

Berkaitan dengan penyusunan SNI ini, maka aturan yang dijadikan dasar atau pedoman adalah:

1. Peraturan Menteri Kelautan dan Perikanan RI Nomor PER.19/MEN/2010 tentang Pengendalian Sistem Jaminan Mutu dan Keamanan Hasil Perikanan.
2. Peraturan Kepala Badan Pengawasan Obat dan Makanan RI Nomor HK.00.06.1.52.4011 Tahun 2009 tentang Penetapan Batas Maksimum Cemaran Mikroba dan Kimia dalam Makanan.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 15 Januari 2015 sampai dengan 16 Maret 2015 dengan hasil akhir RASNI.



## Daging rajungan rebus dingin

### 1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan keamanan pangan, bahan baku, bahan penolong, penanganan dan pengolahan daging rajungan rebus dingin.

Standar ini berlaku untuk daging rajungan rebus dingin yang akan digunakan sebagai bahan baku untuk proses pengolahan lebih lanjut.

### 2 Acuan normatif

Acuan ini merupakan dokumen yang digunakan dalam standar ini. Untuk acuan bertanggal, edisi yang berlaku sesuai yang tertulis. Sedangkan untuk acuan yang tidak bertanggal, berlaku edisi yang terakhir (termasuk amandemen).

SNI 2326:2010, *Metode pengambilan contoh produk perikanan.*

SNI 01-2332.1-2006, *Cara uji mikrobiologi - Bagian 1: Penentuan Coliform dan Eschericia coli pada produk perikanan.*

SNI 01-2332.2-2006, *Cara uji mikrobiologi - Bagian 2: Penentuan Salmonella pada produk perikanan.*

SNI 01-2332.3-2006, *Cara uji mikrobiologi - Bagian 3: Penentuan Angka Lempeng Total (ALT) pada produk perikanan.*

SNI 01-2332.4-2006, *Cara uji mikrobiologi - Bagian 4: Penentuan Vibrio cholerae pada produk perikanan.*

SNI 01-2332.5-2006, *Cara uji mikrobiologi - Bagian 5: Penentuan Vibrio parahaemolyticus pada produk perikanan.*

SNI 2332.9:2011, *Cara uji mikrobiologi - Bagian 9: Penentuan Staphylococcus aureus pada produk perikanan.*

SNI 01-4502-1998, *Metode pengujian Listeria monocytogenes.*

SNI 2346:2011, *Petunjuk pengujian organoleptik dan atau sensori pada produk perikanan.*

SNI 2354.5:2011, *Cara uji kimia - Bagian 5: Penentuan kadar logam berat timbal (Pb) dan kadmium (Cd) pada produk perikanan.*

SNI 01-2354.6-2006, *Cara uji kimia - Bagian 6: Penentuan kadar logam merkuri (Hg) pada produk perikanan.*

SNI 01-2367-1991, *Produk perikanan, Penentuan Kadar Timah Putih (Sn).*

SNI 01-2357-1991, *Produk perikanan, Penentuan kadar arsen (As).*

SNI 7587.3:2010, *Metode uji residu antibiotik secara enzyme linked immunoassay (ELISA) pada ikan dan udang – Bagian 3: Chloramphenicol (CAP).*

SNI 2354.9:2009, *Cara uji kimia residu chloramphenicol dengan metoda KCKT pada produk perikanan.*

SNI 2372.7:2011, *Cara uji fisika - Bagian 7: Pengujian filth pada produk perikanan.*



### 3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan penggunaan dalam dokumen ini, istilah dan definisi berikut digunakan.

#### 3.1

##### **daging rajungan rebus dingin**

produk dari rajungan segar yang mengalami perlakuan pencucian, pengukusan pengupasan dan pendinginan

#### 3.2

##### **jumbo**

daging rajungan yang masih utuh dan merupakan jaringan terbesar yang berhubungan dengan kaki renang

#### 3.3

##### **flower**

daging rajungan yang terdiri dari 3 ruas dari 4 ruas dada bagian depan

#### 3.4

##### **backfin**

daging jumbo yang pecah atau rusak (*broken jumbo*)

#### 3.5

##### **special**

serpihan daging *flower* dan *jumbo*

#### 3.6

##### **claw meat**

daging rajungan yang berasal dari kaki-kaki rajungan

#### 3.7

##### **potensi bahaya**

potensi kemungkinan terjadinya bahaya di dalam suatu proses atau pengolahan produk yaitu bahaya yang akan mengakibatkan gangguan terhadap keamanan pangan (*food safety*)

#### 3.8

##### **potensi cacat mutu**

potensi kemungkinan terjadinya ketidaksesuaian spesifikasi mutu produk (*wholesomeness*)

### 4 Syarat bahan baku dan bahan penolong

#### 4.1 Bahan baku

##### 4.1.1 Jenis

Semua jenis rajungan segar hasil penangkapan.

##### 4.1.2 Asal

Bahan baku berasal dari perairan yang tidak tercemar.

##### 4.1.3 Bentuk

Rajungan segar utuh.



#### 4.1.4 Mutu

**4.1.4.1** Bahan baku bersih, bebas dari setiap bau yang menandakan pembusukan, bebas dari sifat-sifat alamiah lain yang dapat menurunkan mutu serta tidak membahayakan kesehatan.

**4.1.4.2** Secara organoleptik dan atau sensori bahan baku mempunyai karakteristik kesegaran sekurang-kurangnya sebagai berikut:

- Kenampakan : Utuh, bersih, cermerlang, antar ruas kokoh dan kuat.
- Bau : Segar spesifik jenis.

#### 4.2 Bahan penolong

##### 4.2.1 Air

Air yang dipakai sebagai bahan penolong untuk kegiatan di unit pengolahan harus memenuhi persyaratan kualitas air minum sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

##### 4.2.2 Es

Es sesuai SNI 4872.

### 5 Syarat mutu dan keamanan produk

Persyaratan mutu dan keamanan daging rajungan rebus dingin sesuai Tabel 1.

**Tabel 1 - Persyaratan mutu dan keamanan daging rajungan rebus dingin**

Parameter uji	Satuan	Persyaratan
<b>a Sensori</b>	-	Min. 7 (Skor 1 - 9)
<b>b Cemarkan mikroba</b>		
- ALT	koloni/g	Maks. $2,0 \times 10^4$
- <i>Escherichia coli</i>	APM/100 g	<1,8
- <i>Salmonella</i> *	per 25 g	Negatif
- <i>Vibrio cholera</i> *	per 25 g	Negatif
- <i>Vibrio parahaemolyticus</i> *	APM/g	<3
- <i>Staphylococcus aureus</i>	koloni/g	Maks. $1,0 \times 10^3$
- <i>Listeria monocytogenes</i> *	per 25 g	Negatif
<b>c Cemarkan logam *</b>		
- Arsen (As)	mg/kg	Maks. 1,0
- Kadmium (Cd)	mg/kg	Maks. 0,5
- Merkuri (Hg)	mg/kg	Maks. 0,5
- Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 0,5
- Timah (Sn)	mg/kg	Maks. 40,0



Tabel 1 – lanjutan

Parameter uji	Satuan	Persyaratan
<b>d Residu Kimia*</b> - Kloramfenikol - Sulfit	µg/kg mg/kg	Tidak boleh ada** Maks. 70,0
<b>f Fisika</b> - Filth*	-	0
<b>CATATAN:</b> * Bila diperlukan ** Hasil analisa harus dilakukan menggunakan metode uji dengan kinerja/unjuk kerja deteksi kurang dari MRPL (<0,3 µg/kg)		

## 6 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai SNI 2326:2010.

## 7 Cara uji

### 7.1 Sensori

Sensori sesuai SNI 2346:2011. Penilaian sensori sesuai Lampiran A. Cara perhitungan dilakukan setiap parameter.

### 7.2 Cemarkan Mikroba

- ALT sesuai 01-2332.3-2006.
- *Escherichia coli* sesuai SNI 01-2332.1-2006.
- *Salmonella* sesuai SNI 01-2332.2-2006.
- *Vibrio cholerae* sesuai SNI 01-2332.4-2006.
- *Vibrio parahaemolyticus* sesuai SNI 01-2332.5-2006.
- *Staphylococcus aureus* sesuai SNI 2332.9:2011.
- *Listeria monocytogenes* sesuai SNI 01-4502-1998.

### 7.3 Cemarkan logam

- Arsen (As) sesuai SNI 01-2357-1991.
- Timbal (Pb) dan kadmium (Cd) sesuai SNI 01-2354.5-2011.
- Merkuri (Hg) sesuai SNI 01-2354.6-2006.
- Timah putih (Sn) sesuai SNI 01-2367-1991.

### 7.4 Residu Kimia

- Kloramfenikol sesuai SNI 7587.3:2010 atau SNI 2354.9:2009.
- Sulfit sesuai Lampiran C.

### 7.4 Fisika

- Filth sesuai SNI 2372.7:2011



## 8 Teknik sanitasi dan higiene

Penanganan, pengolahan, pengemasan, pemuatan dan pendistribusian daging rajungan rebus dingin dilakukan dengan menggunakan wadah, cara dan alat yang sesuai dengan persyaratan sanitasi dan higiene dalam unit pengolahan hasil perikanan sesuai dengan peraturan yang berlaku.

Produk akhir harus bebas dari benda asing dan *filth* yang mengganggu kesehatan manusia.

## 9 Peralatan

### 9.1 Jenis peralatan

- alat pengukus;
- keranjang plastik;
- meja proses;
- nampan;
- pisau;
- timbangan;
- toples plastik.

### 9.2 Persyaratan peralatan

Semua peralatan dan perlengkapan yang digunakan dalam penanganan dan pengolahan daging rajungan rebus dingin mempunyai permukaan halus dan rata, tidak mengelupas, tidak berkarat, tidak merupakan sumber cemaran mikroba, tidak retak dan mudah dibersihkan. Semua peralatan dalam keadaan bersih sebelum, selama dan sesudah digunakan.

## 10 Penanganan dan Pengolahan

### 10.1 Penerimaan

#### 10.1.1 Kemasan

- a) Potensi bahaya: kemasan rusak dan kemasan *non food grade* yang akan mengakibatkan terjadinya kontaminasi produk.
- b) Potensi cacat mutu: kerusakan fisik dan penurunan kesegaran karena kemasan rusak.
- c) Tujuan: mendapatkan kemasan yang sesuai spesifikasi kemasan untuk pangan.
- d) Petunjuk: kemasan yang diterima terlindung dari sumber kontaminasi kemudian disimpan pada tempat penyimpanan yang saniter.

#### 10.1.2 Label

- a) Potensi bahaya: -
- b) Potensi cacat mutu : -
- c) Tujuan: mendapatkan label yang sesuai spesifikasi.
- d) Petunjuk: label yang diterima di unit pengolahan disimpan pada tempat penyimpanan yang saniter.



### 10.1.3 Bahan baku

- a) Potensi bahaya: kontaminasi mikroba patogen.
- b) Potensi cacat mutu: tidak sesuai dengan persyaratan mutu yang berlaku.
- c) Tujuan: mendapatkan bahan baku sesuai spesifikasi.
- d) Petunjuk: bahan baku yang diterima di unit pengolahan diuji secara organoleptik dan ditangani secara cepat, cermat dan saniter sesuai dengan prinsip teknik penanganan yang baik dan benar dalam kondisi suhu dingin.

## 10.2 Teknik penanganan

### 10.2.1 Bahan baku rajungan segar

- a) Potensi bahaya: kontaminasi mikroba patogen.
- b) Potensi cacat mutu: kemunduran mutu karena kesalahan penanganan.
- c) Tujuan: mendapatkan bahan baku sesuai spesifikasi.
- d) Petunjuk: bahan baku ditangani secara cepat, cermat dan saniter dalam kondisi suhu dingin

### 10.2.2 Pencucian

- a) Potensi bahaya: kontaminasi mikroba patogen karena kurangnya sanitasi dan higiene.
- b) Potensi cacat mutu: kerusakan fisik karena kesalahan penanganan.
- c) Tujuan: mendapatkan bahan baku yang bersih sesuai spesifikasi.
- d) Petunjuk: rajungan dicuci dengan menggunakan air mengalir secara cepat, cermat dan saniter.

### 10.2.3 Penimbangan

- a) Potensi bahaya: kontaminasi mikroba patogen.
- b) Potensi cacat mutu: kemunduran mutu dan penimbangan yang tidak sesuai spesifikasi.
- c) Tujuan: mendapatkan bahan baku sesuai spesifikasi.
- d) Petunjuk: rajungan ditimbang secara cepat, cermat dan saniter.

### 10.2.4 Pengukusan

- a) Potensi bahaya: kontaminasi mikroba patogen.
- b) Potensi cacat mutu: tingkat kematangan yang tidak sesuai spesifikasi.
- c) Tujuan: mendapatkan tingkat kematangan sesuai spesifikasi dan menginaktifkan enzim dan mikroorganisme.
- d) Petunjuk: rajungan dimasukkan ke dalam wadah kemudian dikukus selama 25 – 30 menit sehingga diperoleh tingkat kematangan sesuai spesifikasi.

### 10.2.5 Pendinginan

- a) Potensi bahaya: kontaminasi mikroba patogen karena kurangnya sanitasi dan higiene.
- b) Potensi cacat mutu: kemunduran mutu karena kesalahan penanganan.
- c) Tujuan: mendapatkan produk yang sesuai spesifikasi.
- d) Petunjuk: rajungan dimasukkan ke dalam wadah kemudian diangin-anginkan dalam suhu ruang sampai diperoleh mutu rajungan sesuai spesifikasi.



### 10.2.6 Pemotongan

- a) Potensi bahaya: kontaminasi bahan kimia dan mikroba patogen karena kurangnya sanitasi dan higiene.
- b) Potensi cacat mutu: pemotongan bagian tubuh rajungan yang tidak sesuai spesifikasi.
- c) Tujuan: mendapatkan potongan tubuh rajungan sesuai spesifikasi.
- d) Petunjuk: bagian tubuh rajungan dipotong dengan menggunakan alat khusus, dilakukan secara cepat, cermat dan saniter dalam kondisi dingin.

### 10.2.7 Sortasi

- 1) Potensi bahaya: kontaminasi bahan kimia dan mikroba patogen karena kurangnya sanitasi dan higiene.
- 2) Potensi cacat mutu: sortasi yang tidak sesuai spesifikasi.
- 3) Tujuan: mendapatkan potongan tubuh rajungan yang sesuai spesifikasi tubuh.
- 4) Petunjuk: potongan tubuh rajungan dikelompokkan berdasarkan spesifikasi bagian-bagian tubuh rajungan, dilakukan secara cepat, cermat dan saniter.

### 10.2.8 Pengambilan daging (*picking*)

- a) Potensi bahaya: kontaminasi mikroba patogen dan bahan kimia.
- b) Potensi cacat mutu: kontaminasi benda asing dan *filth* karena kesalahan penanganan.
- c) Tujuan: mendapatkan daging rajungan sesuai spesifikasi.
- d) Petunjuk: daging rajungan diambil dengan menggunakan alat khusus, dilakukan secara cepat, cermat dan saniter dalam kondisi dingin sehingga diperoleh daging rajungan sesuai spesifikasi (*jumbo, flower, backfin, special, claw meat*).

### 10.2.9 Pengemasan

- a) Potensi bahaya: kontaminasi bahan kimia dan mikroba patogen.
- b) Potensi cacat mutu: kerusakan fisik daging dan kemunduran mutu karena kesalahan penanganan.
- c) Tujuan: melindungi produk selama penyimpanan dan distribusi.
- d) Petunjuk: daging rajungan disusun dengan rapi dalam toples plastik secara cepat, cermat dan saniter dalam kondisi dingin kemudian dimasukkan dalam *box styrofoam* atau *box fiber* yang telah diberi es curai.

### 10.2.10 Pemuatan

- a) Potensi bahaya: kontaminasi mikroba patogen karena kurangnya sanitasi dan higiene.
- b) Potensi cacat mutu: kemunduran mutu karena kesalahan penanganan.
- c) Tujuan: mendapatkan produk yang aman dikonsumsi dan melindungi produk dari kerusakan fisik selama pemuatan.
- d) Petunjuk: produk dalam kemasan dimuat secara cepat, cermat, saniter dan higienis dan dimuat dalam alat transportasi yang terlindung dari penyebab yang dapat merusak atau menurunkan mutu dalam kondisi dingin.

## 11 Persyaratan pengemasan

### 11.1 Bahan kemasan

Bahan kemasan harus bersih, tidak mencemari produk yang dikemas, terbuat dari bahan yang baik dan memenuhi persyaratan bagi produk pangan.

### 11.2 Teknik pengemasan



Produk dikemas dengan cepat, cermat, saniter dan higienis. Pengemasan dilakukan dalam kondisi yang dapat mencegah terjadinya kontaminasi

## **12 Pelabelan**

Setiap kemasan produk harus diberi label yang jelas dan tertelusur sesuai dengan ketentuan yang berlaku.





**Lampiran A**  
(normatif)  
**Lembar penilaian sensori daging rajungan rebus dingin**

**Tabel A.1 - Lembar penilaian sensori daging rajungan rebus dingin**

Nama panelis : ..... Tanggal: .....

- Cantumkan kode contoh pada kolom yang tersedia sebelum melakukan pengujian.
- Berilah tanda √ pada nilai yang dipilih sesuai kode contoh yang diuji.

Spesifikasi	Nilai	Kode Contoh				
		1	2	3	4	5
<b>1. Kenampakan</b>						
<b>a. Jumbo</b>						
- Bentuk utuh, warna daging putih susu sangat cerah, bersih.	9					
- Bentuk utuh, sedikit ada serpihan daging, warna daging putih susu cerah, bersih.	8					
- Bentuk utuh, ada serpihan daging, warna daging putih susu agak kusam, sedikit warna kekuningan.	7					
- Bentuk utuh, agak banyak serpihan daging, warna daging putih susu kusam, banyak warna kekuningan.	5					
- Tidak utuh, banyak serpihan daging, warna daging sangat kusam, banyak warna kekuningan.	3					
- Tidak utuh, banyak serpihan daging, warna daging sangat menyimpang dari daging rajungan normal, kebiru-biruan atau hitam.	1					
<b>b. Claw meat</b>						
- Warna daging kecoklatan sangat cerah khas daging rajungan, serpihan rata, bersih.	9					
- Warna daging kecoklatan cerah, serpihan rata, bersih.	8					
- Warna daging kecoklatan, serpihan tidak rata.	7					
- Warna daging kecoklatan memudar, kusam, serpihan tidak rata.	5					
- Warna daging pudar, serpihan tidak rata.	3					
- Warna daging sangat pudar, serpihan tidak rata.	1					
<b>2. Bau</b>						
- Sangat segar, harum khas rajungan rebus.	9					
- Segar, harum khas rajungan rebus.	8					
- Harum khas rajungan rebus berkurang.	7					
- Sudah tidak tercium bau harum khas rajungan rebus.	5					
- Timbul bau amoniak.	3					
- Amoniak kuat, busuk.	1					

**Tabel A.1 – Lanjutan**



Spesifikasi	Nilai	Kode Contoh				
		1	2	3	4	5
<b>3. Rasa</b>						
- Manis, sangat gurih.	9					
- Manis, gurih.	8					
- Kurang manis, kurang gurih.	7					
- Tawar, tidak gurih.	5					
- Sedikit pahit.	3					
- Pahit, sepat.	1					
<b>4. Tekstur</b>						
- Serat sangat kuat, sangat kompak, sangat padat.	9					
- Serat kuat, kompak, padat.	8					
- Serat agak kuat, kompak, padat	7					
- Serat kurang kuat, kurang kompak, kurang padat.	5					
- Serat tidak kuat, tidak kompak, lunak.	3					
- Lunak sekali.	1					





**Lampiran B**  
(informatif)  
**Diagram alir proses penanganan daging rajungan rebus dingin**



**Gambar B.1 - Diagram alir proses penanganan daging rajungan rebus dingin**



**Lampiran C**  
(normatif)  
**Metode uji residu sulfit**

**C.1 Prinsip**

Metode ini digunakan untuk menghitung kandungan senyawa sulfit pada produk perikanan. Sulfur dioksida ( $\text{SO}_2$ ) dibebaskan melalui pengasaman contoh dengan hidrogen klorida ( $\text{HCl}$ ) dan dididihkan dengan cara refluks dalam atmosfer nitrogen ( $\text{N}_2$ ).  $\text{SO}_2$  yang dihasilkan didorong oleh gas nitrogen melalui pendingin kondensor. Destilat  $\text{SO}_2$  ditampung dalam larutan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 3%, yang akan mengoksidasi  $\text{SO}_2$  menjadi  $\text{SO}_3$ .  $\text{SO}_3$  dalam larutan, terlarut menjadi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan kemudian dititrasi acidi-alkalimetri dengan larutan  $\text{NaOH}$  standar.

**C.2 Peralatan**

- Peralatan Destilasi (Modifikasi Monier-William);
- Buret;
- Erlenmeyer;
- Cawan Gooch;
- Mikropipet (100  $\mu\text{L}$  - 1000  $\mu\text{L}$ );
- Sirkulator Air berpendingin. (Kondensor dilengkapi sirkulator pendingin/coolant, seperti metanol-air (20 + 40, v/v) untuk menjaga suhu dibawah 150 °C);
- Pemanas listrik (*heating mantle*).

**C.3 Bahan**

- Air : air - deionisasi (minimal 18  $\text{M}\Omega/\text{cm}$ ), disiapkan dari aquades;
- $\text{HCl}$  4 N;
- Pipet 30 mL  $\text{HCl}$  pekat 37%, tambahkan 60 mL air. Larutan dibuat setiap akan melakukan analisis. Larutan  $\text{HCl}$  ini memiliki kisaran konsentrasi 4 N;
- $\text{HCl}$  1 N;
- Pipet 8 mL  $\text{HCl}$  pekat 37%, tambahkan 82 mL air. Larutan dibuat setiap akan melakukan analisa. Larutan  $\text{HCl}$  ini memiliki kisaran konsentrasi 1 N;
- $\text{H}_2\text{O}_2$  3%;
- Larutkan 3 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% ke dalam 30 mL air. Sebelum digunakan, tambahkan (3 - 5) tetes indikator merah metil dan titrasi dengan  $\text{NaOH}$  0,010 N sampai titik akhir kuning. Bila titik akhir terlewati maka larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  3% harus diganti. Larutan ini dibuat untuk setiap analisis;
- Indikator merah metil (Methyl red);
- Timbang 250 mg Methyl red dan larutkan dalam 100 mL etanol;
- Dietil Eter ( $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$ ) anhydrous;
- Etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) absolute;
- Nitrogen kemurnian tinggi 99,99% (ultra high purity);
- Barium klorida ( $\text{BaCl}_2$ ) 10 %;
- Timbang 5,0 g  $\text{BaCl}_2$  dan larutkan dengan 50 mL air.
- $\text{NaOH}$  0,0100 N;

Standardisasi larutan  $\text{NaOH}$  0,0100 N dengan asam oksalat:

- a. Timbang asam oksalat  $2\text{H}_2\text{O}$  0,1260 g, dilarutkan menjadi 100 mL;



- b. Pipet 5 mL larutan asam oksalat tersebut, tambahkan 3 tetes indikator phenolftalein (PP) 1%;
- c. Titrasi dengan larutan NaOH sampai tepat warna merah muda terbentuk;
- d. Perhitungan normalitas asam oksalat:

$$N \text{ asam oksalat} = \frac{0,126}{126} \times \frac{1000}{100} \times 2 = 0,02 \text{ N}$$

$$N \text{ NaOH} = \frac{0,02 \text{ N} \times 5 \text{ mL}}{\text{Volume (mL NaOH)}}$$

Standardisasi larutan NaOH 0,0100 N dengan Kalium Hidrogen Pthalat (KHP):

- a. Timbang 0,0204 g  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  yang telah dikeringkan pada suhu 105 °C selama 2 jam pada Erlenmeyer;
- b. Larutkan dengan 75 mL air;
- c. Tambahkan 2 tetes indikator PP dan titer dengan larutan NaOH 0,0100 N;
- d. Catat volume NaOH yang digunakan;
- e. Hitung konsentrasi NaOH (20,4 mg  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  setara dengan 1 mL NaOH 0,0100N):

$$N \text{ NaOH} = \frac{20,4 \text{ mg } \text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}{204,229 \times \text{Volume NaOH mL}}$$

- Pelarut Natrium hidroksi metil sulfonat (Na HMS);
- Timbang pada gelas piala 7,12 g  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan 18,2 g d-mannitol, larutkan dengan air, masukkan ke dalam labu takar 1 L. Tepatkan dengan air. Simpan dalam refrigerator. Pelarut ini stabil selama 1 tahun.
- Larutan Na HMS (5 mg/mL sebagai  $\text{SO}_2$ ):
  - a. Timbang 110 mg Na HMS ke dalam gelas piala kecil. Larutkan dengan pelarut Na HMS, pindahkan ke labu takar 10 mL dan tepatkan dengan pelarut Na HMS.
  - b. Hitung konsentrasi  $\text{SO}_2$  dengan persamaan:

$$\text{SO}_2 = \frac{(\text{mg Na HMS} \times \text{BM } \text{SO}_2 / \text{BM Na HMS}) \times ((\% \text{ Kemurnian Na HMS})/100)}{\text{Volume larutan}}$$

Contoh perhitungan:

$$\text{SO}_2 = \frac{(110,0 \text{ mg} \times 64,06 / 134) \times (95 / 100)}{10 \text{ mL}}$$

$$\text{SO}_2 = 4,99 (5,0) \text{ mg/mL} = 5000 \text{ } \mu\text{g/mL}$$

## C.4 Prosedur Kerja

### C.4.1 Penyiapan Contoh

Bagian yang akan diuji adalah bagian yang akan dimakan (*edible portion*). Cara homogenisasi dikelompokkan menurut jenis dan ukuran contoh sebagai berikut :

- 1) *Crustacea* diambil sekitar 500 g, kupas kulit, buang kepala dan kotoran/isi perut;
- 2) *Cephalopoda* diambil sekitar 500 g, buang endoskeleton dan kotoran/isi perut;
- 3) Homogenkan masing-masing kelompok contoh menggunakan penghancur daging (*food grinder*);
- 4) Timbang 50 g homogenat contoh pada gelas piala. Tambahkan 100 mL campuran etanol + air (5+95, v/v), aduk hingga homogen.



#### C.4.2 Persiapan destilasi

- 1) Pasang alat destilasi seperti pada gambar 1;
- 2) Tuangkan 90 mL HCl 4 N pada corong pisah (gambar 1,B);
- 3) Tuangkan 350 mL air ke dalam labu alas bulat leher tiga;
- 4) Siapkan penampung destilat yang berisi 30 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 3% yang telah dititrasi dengan NaOH 0,0100 N;
- 5) Jalankan pendingin;
- 6) Alirkan gas Nitrogen dengan kisaran laju alir  $200 \pm 10$  mL/menit (tekanan N<sub>2</sub> pada regulator 20 psi) selama 15 menit untuk menghilangkan O<sub>2</sub> dalam sistem destilasi. Perhatikan semua sambungan dan pastikan tidak ada yang bocor;
- 7) Matikan aliran gas N<sub>2</sub>;
- 8) Tuangkan contoh yang telah disiapkan pada 3.4.1.A.4 ke dalam labu alas bulat leher tiga. Bilas gelas piala dengan 50 mL air;

#### C.4.3 Destilasi

- 1) Alirkan HCl dari corong pisah sampai tersisa (2 - 3) mL untuk menjaga tidak ada uap SO<sub>3</sub> yang keluar dari corong pisah;
- 2) Alirkan kembali gas N<sub>2</sub>, jaga laju alir N<sub>2</sub> sedemikian hingga tidak ada aliran balik dari penampung destilat dan nyalakan pemanas listrik (*heating mantle*), atur skala suhu hingga menghasilkan kondensat yang menetes pada labu alas bulat sekitar (80 - 90) tetes per menit;
- 3) Biarkan proses destilasi berlangsung selama 1 jam 45 menit;
- 4) Lepaskan penampung destilat dan matikan pemanas listrik;
- 5) Lakukan pengerjaan blanko pereaksi.

#### C.4.4 Penentuan Sulfit

##### a. Titrasi

Titirasi destilat dengan menggunakan NaOH 0,010 N sampai tercapai titik akhir titrasi yang ditandai dengan terbentuknya warna kuning (bertahan lebih dari 20 detik).

##### b. Gravimetri

- 1) Tuang hasil titrasi ke dalam gelas piala;
- 2) Tambahkan 4 tetes HCl 1 N dan BaCl<sub>2</sub> 10% berlebih yang telah disaring ke dalam gelas piala. Biarkan campuran selama 1 (satu) malam;
- 3) Goyang gelas piala untuk mencampur endapan yang terbentuk dan tuangkan ke dalam cawan Gooch yang telah diketahui beratnya (A). Apabila tidak tersedia cawan Gooch dapat menggunakan kertas saring whatman no.1;
- 4) Bilas endapan dengan 20 mL etanol;
- 5) Bilas endapan dengan 20 mL dietil eter;
- 6) Keringkan dalam oven pada (105 - 110) °C;
- 7) Timbang endapan kering dalam cawan Gooch atau pada kertas saring (B).



### C.4.5 Perhitungan Penentuan Sulfit

#### a. Titrasi

$$SO_2 = \frac{V (\text{NaOH contoh} - \text{NaOH blanko}) \times N (\text{NaOH}) \times \left( \frac{BM SO_2}{2} \right) \times 1000}{Bc}$$

Keterangan:

SO <sub>2</sub>	: dalam µg/g (% fraksi massa)
V (NaOH)	: volume NaOH (mL)
N (NaOH)	: konsentrasi NaOH (N)
BM SO <sub>2</sub> /2	: 32,03
1000	: faktor konversi dari miligram ke mikrogram
Bc	: berat contoh (g)

#### b. Gravimetri

$$BaSO_4 = B - A$$

$$SO_2 = \frac{(BaSO_4 \text{ contoh} - BaSO_4 \text{ blanko}) \times \left( \frac{BM SO_2}{BM BaSO_4} \right) \times 1000}{Bc}$$

Keterangan:

BaSO <sub>4</sub>	: berat BaSO <sub>4</sub> (mg)
SO <sub>2</sub>	: dalam µg/g (% fraksi massa)
A	: berat cawan kosong (g)
B	: berat cawan dan endapan setelah dikeringkan (g)
1000	: konversi miligram ke mikrogram.
Bc	: berat contoh (g)



## Bibliografi

*Association of Official Analytical Chemistry (AOAC), 2005, Official Methods of Analysis, Food Additives : Direct Chapter 47, p.29. AOAC Special Method 990-28 Sulfites in Foods.*

*The Commision of The Europe Communities Council Directive No. 466/2001, Setting Maximum Levels For Certain Contaminants in Food Stuffs.*

